

PAT-NO: JP361060803A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61060803 A
TITLE: PRODUCTION OF HIGHLY BRITTLE
ALLOY SPUTTERING TARGET FOR
THIN SOFT MAGNETIC FILM
PUBN-DATE: March 28, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TAMAKI, KOICHI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOHOKU METAL IND LTD	N/A

APPL-NO: JP59180620
APPL-DATE: August 31, 1984

INT-CL (IPC): B22F003/14 , B22F001/00 ,
C23C014/14 , C23C014/34

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a titled target which has a uniform compsn., consists of fine crystal grains and contains less impurities by subjecting the powder which is obtd. by pulverizing an alloy melted in a vacuum or inert gaseous atmosphere and is specified respectively on O concn. and grain size to a hot hydrostatic press treatment in a

high-temp. high-pressure gaseous atmosphere.

CONSTITUTION: The Al alloy of, for example, Fe-10% and Si-6% melted by vacuum melting is pulverized in the vacuum or inert gaseous atmosphere. The alloy powder having ≤ 50 ppm, more preferably ≤ 30 ppm concn. of O and having the grain size ranging $\geq 100\mu\text{m}$, more preferably $200\sim 250\mu\text{m}$ is obtd. by such pulverization. Such alloy powder is packed and sealed hermetically into a vessel for hot hydrostatic press and is subjected to the hot hydrostatic press treatment in the high-temp. high-pressure gaseous atmosphere of the gaseous Ar at, for example, $1,150^{\circ}\text{C}$ and under $1,000\text{atm}$. The highly brittle alloy sputtering target for a thin soft magnetic film having the above-described characteristics is thus obtd.

COPYRIGHT: (C)1986, JPO&Japio

② 公開特許公報(A)

昭61-60803

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

序内整理番号

③ 公開 昭和61年(1986)3月28日

B 22 F 3/14
1/00
C 23 C 14/14
14/34

7511-4K
7511-4K
7537-4K
7537-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

④ 発明の名称 軟質磁性薄膜用高脆性合金スパッタリングターゲットの製造方法

① 特 願 昭59-180620

② 出 願 昭59(1984)8月31日

④ 発 明 者 玉 城 幸 一 仙台市郡山6丁目7番1号 東北金属工業株式会社内
④ 出 願 人 東北金属工業株式会社 仙台市郡山6丁目7番1号
④ 代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

軟質磁性薄膜用高脆性合金スパッタリングターゲットの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 真空中もしくは不活性ガス雰囲気中で溶解された合金を粉砕して得られた膜素濃度が重量比で50 ppm以下で粒径が10.0 μm以上である粉末を熱間静水圧プレス用容器に充填密封し、これを高圧高圧ガス雰囲気中で熱間静水圧プレス処理して製造することを特徴とする軟質磁性薄膜用高脆性合金スパッタリングターゲットの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔技術分野〕

本発明はスパッタリングターゲットの製造方法に関する。さらに詳しくは熱間圧延、冷間圧延等の加工性が著しく劣る軟質磁性薄膜用高脆性合金

スパッタリングターゲットの製造方法に関するものである。

〔従来技術とその問題点〕

近年磁気記録はその高記録密度化に伴ない、記録媒体の高保磁力化、磁気ヘッドの狭トラック化、さらに短波長化が進んでおり、VTR分野では8 mm VTR、カメラ分野では電子スチルカメラ等が提案され、また一部では垂直磁気記録方式の検討も進んでいる。このため記録媒体およびヘッドコア材の見直しが行われている。記録媒体としては高保磁力化のために従来のCo-Fe-Fe₂O₃粉末型テープから塗布型金属材料テープ、蒸着型金属材料テープ、Co-Cr スパッタ膜等への移行が提案されている。一方磁気ヘッドとしては飽和磁束密度の高い金属磁性膜ヘッドが試作検討されている。この金属磁性膜としては、結晶質ではFe-Si-Al系合金膜が、非晶質では遷移金属-メタロイド系や遷移金属-金属材料等の合金膜が有望である。

一方これらの磁性膜の製造方法としては、スパッタリング法、蒸着法、メッキ法等があるが、こ

のなかでも膜組成の均一性、組成制御が容易、磁気特性が良好、成膜時の信頼性が高いという利点を有するスパッタリング法が主として研究されている。

ここでスパッタリングターゲットの要求特性は組成が均一であること、結晶粒が微細であること、不純物が少ないこと等がある。また形状は研究設備としては直径約10ないし15cmの円板状が用いられているが、量産設備では製造コストの低減、製品の信頼性を高めるためにできるだけ長時間にわたって安定した成膜が行えることが必要のため、直径約15〜20cm、好ましくは約20cm以上が要求されている。

上記のスパッタリング用ターゲットの一般的な製造方法として、所定の形状を有する鋳型に鋳造し、得られた鋳塊を研削加工等により所定の形状に仕上げる方法、もしくはこの鋳塊を熱間加工、冷間加工により板状となし、その後所定形状に切断・研削して仕上げる方法がある。延性の高い合金は熱間あるいは冷間加工により大径のターゲッ

てできなかった。しかしこの粉末冶金法を用いる方法はコストが低く而も量産に達しており、この方法が実現できればこの分野に大きく貢献するものである。

【発明の目的】

したがって本発明はこのような実状に鑑みなされたもので、その主たる目的は、組成が均一で結晶粒が微細でしかも不純物の少ない高磁性合金スパッタリングターゲットを、プレスを用いた粉末冶金法により製造する方法を提供することにある。

【発明の構成】

上記の粉末冶金法がスパッタリングターゲットの製造に適用できない理由を検討した結果、形成された皮膜の磁性特性が劣っているのは酸素が過剰なためであり、その過剰酸素は鋳塊（ふつり真空溶解）中に含まれる酸素のほかに粉砕時に表面に付着した多量の酸素がスパッタ時に放出されたものであることが明らかとなり、そしてこの表面に付着する酸素を少なくするためには粉末の粒径を通常磁性材の粉末冶金に用いられる粉末の粒形よ

うに製造することが可能である。しかし、前述のようなFe-Si-Al系合金、遷移金属-メタルロイド系合金、遷移金属-メタル系合金に代表される高磁性合金は、熱間あるいは冷間加工が容易でないために、鋳塊の大きさとターゲットの寸法が決まってしまう。すなわち高磁性合金の直径約20cmのターゲットを製造するためには、直径約20cm以上の鋳塊を作製する必要がある。そして例えばFe-Si-Al系合金の場合、上記のような大型の鋳塊を作製することは不可能ではないが、組成変動が大きくなり、スパッタリングターゲットに要求されている±0.1%（重量比、以下同じ）の組成変動内におさめることが不可能である。さらに結晶粒を細くすることも非常に難しくなる。

一方板状のターゲットを得る方法として鋳塊を粉砕し、粉末をプレスして所定の形状のものを形成する粉末冶金法を適用することも考えられるが、従来この方式で得られたスパッタリング用ターゲットを用いて製造した磁性皮膜は、磁気特性が悪く高信頼性を要求される装置に使用することは

り大きくするのが効果的であることを見出した。又これと同時に粉末の酸素濃度の上限についてのデータも得られた。

すなわち本発明による製造方法は、真空中もしくは不活性ガス雰囲気中で溶解された合金を粉砕して得られた酸素濃度が重量比で50ppm以下で粒径が100 μ m以上である粉末を熱間静水圧プレス用容器に充満密閉し、これを高真空高圧ガス雰囲気下で熱間静水圧プレス処理して製造することを特徴とする軟質磁性薄膜用高磁性合金スパッタリングターゲットの製造方法である。

ここで上記の構成における本発明の特徴となる酸素濃度と粒径について詳述する。原料粉末中の酸素濃度を50ppm以下にしたのは、不純物としての酸素もしくは酸化物の混入を少なくするため、50ppmを超えると、成膜時のガスの発生により信頼性が劣り、また膜の構造や質が劣化し、膜の特性に悪影響をおよぼすことが分ったからである。この酸素濃度は、30ppm以下がより好ましいことが分った。なお通常の真空溶解により得られる割

塊の酸素濃度はふつう 30ppm 以下であり、15 ppm のものを得るのも比較的容易である。

原料粉末中の酸素濃度を 50ppm 以下にする方法を次に述べる。真空溶解により製造された所定の組成を有する任意形状の塊を非酸化性の雰囲気中で粉砕し、ふるい分けし、粒径が 100 μ m 以上の粉末をそのまま非酸化性雰囲気中で熱間静水圧プレス用容器に充填密封することにより、該容器内の原料粉末の酸素濃度は 50ppm 以下となる。

一般に粉末の酸素濃度は、その粉末の粒径が小さいほど、すなわち表面積が大きくなるほど高くなる傾向がある。しかし粉末のプレス性は粒径がある程度小さい方が良好となる。そしてふつう 100 μ m 以下である。そのためプレス性が良く、しかも酸素濃度が 50ppm 以下となる様な粒径を選定する必要がある、これは 100 μ m 以上が好ましく 200~500 μ m の範囲がさらに好ましい。なお、このように粗い粉末を用いても出来上がったターゲットの結晶粒の大きさは平均して粉末粒径より相当小さい。これは高純性合金の場合、各々の粒子

〈実施例 - 2〉

真空溶解により溶製された $\text{Co}_{87}\text{Fe}_3\text{Ni}_8$ 合金（但し原子％）を実施例 - 1 と同様な方法で直径約 20 cm、厚さ約 1 cm の円板状ターゲットを製造した。このときの粉末およびターゲットの酸素濃度はそれぞれ 23ppm および 25ppm であり、そしてターゲットの組成変動は $\pm 0.1\%$ （原子％）以内であった。なお純塊の酸素濃度は 15ppm であった。

〈実施例 - 3〉

$\text{Co}_{87}\text{Fe}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ 合金（原子％）についても同様にして直径約 20 cm、厚さ約 1 cm の円板状ターゲットを製造した。このときの粉末およびターゲットの酸素濃度はどちらも 27ppm であり、ターゲットの組成変動は $\pm 0.1\%$ （原子％）以内であった。なお純塊の酸素濃度は 20ppm であった。

実施例 1~3 で製造したターゲットの結晶粒径はいずれも 100~200 μ m であり、スパッタリングターゲットとして好ましいものであった。

〔発明の作用効果〕

以上述べたように、本発明によれば高純性合金

には粉砕時に形成されたマイクロクラックが認められ、これが熱間静水圧プレスによる結晶粒の粗大化を抑制していると考えられる。

粒径 100 μ m 以上でしかも高純性の粉末を成型するには通常のプレスでは不可能であるため、熱間静水圧プレスを用いる。

〔発明の実施例〕

〈実施例 - 1〉

真空溶解により溶製された $\text{Fe} - 10\%$ $\text{Si} - 6\%$ Al 合金をアルゴン雰囲気中で粉砕し、粒径が約 200~500 μ m の粉末をふるい分けし、これをそのままアルゴン雰囲気中でステンレス製の容器に充填後、真空脱気し密封した。これを 1150℃、1000 気圧の条件下で熱間静水圧プレス施し、その後研削加工により直径約 20 cm 厚さ約 7 mm の円板状ターゲットを製造した。

このときの粉末の酸素濃度は 30ppm であり、ターゲットの組成は、 $\text{Si} 10 \pm 0.1\%$ 、 $\text{Al} 6 \pm 0.1\%$ であった。なおターゲットの酸素濃度は粉末とほぼ同等の 33ppm であった。

を不活性ガス雰囲気中で粉砕、ふるいわけされた酸素濃度が 50ppm 以下の原料粉末を、そのまま不活性ガス雰囲気中で熱間静水圧プレス容器に充填後真空脱気密封し、これを高温高圧ガス雰囲気中で熱間静水圧プレス処理して製造することにより、組成が均一で結晶粒が微細でしかも不純物が少ない軟質磁性導管用高純性合金スパッタリングターゲットの提供が可能となった。

代理人 (7127) 弁理士 後藤 洋介

